

DEVICE FOR PRODUCING COMPOUND SEMICONDUCTOR SINGLE CRYSTAL AND PRODUCTION

Patent Number: JP4108682
Publication date: 1992-04-09
Inventor(s): ITO TAKESHI; others: 01
Applicant(s): FUJI ELECTRIC CO LTD
Requested Patent: ☐ JP4108682
Application: JP19900228720 19900830
Priority Number(s):
IPC Classification: C30B15/00; C30B15/14; C30B27/02;
EC Classification:
Equivalents:

Abstract

PURPOSE: To obtain single crystal little in crystal flaw by providing a crystal chamber via a sluice valve to the upper part of a pulling-up chamber in a device for producing compound semiconductor single crystal due to a liquid sealing pulling-up method and completing pulling-up of single crystal in a pulling-up chamber, and pulling-up this single crystal into a crystal chamber and performing prescribed heat treatment.

CONSTITUTION: A crystal chamber 101 is provided to the upper part of a pulling-up chamber 100 via a sluice valve 5. Inert gas is introduced into the pulling-up chamber 100 and the crystal chamber 101 at high pressure by opening the sluice valve 5. Then, while current for heating is supplied to the heaters 4, 6, compound semiconductor single crystal is pulled up by a liquid sealing pulling-up method in the pulling-up chamber 100. Single crystal 10 completed in pulling up is pulled up into the crystal chamber 101 and the sluice valve 5 is closed. While the temp. distribution around single crystal 10 is uniformly held by controlling the heater 4, single crystal 10 is slowly cooled. Then the componental gas of single crystal 10 is substituted for the inert gas in the crystal chamber 101. Heat treatment of single crystal 10 is performed by using the heater 4, and thermal stress is removed which remains in this single crystal 10.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

⑫ 公開特許公報(A) 平4-108682

⑤ Int. Cl.⁵C 30 B 15/00
15/14
27/02
H 01 L 21/208

識別記号

Z

8924-4G

8924-4G

8924-4G

P

7353-4M

庁内整理番号

④ 公開 平成4年(1992)4月9日

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全7頁)

⑥ 発明の名称 化合物半導体単結晶製造装置および製造方法

⑦ 特 願 平2-228720

⑧ 出 願 平2(1990)8月30日

⑨ 発 明 者 伊 藤 武 志 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号 富士電機株式会社内

⑩ 発 明 者 八 木 亨 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号 富士電機株式会社内

⑪ 出 願 人 富士電機株式会社 神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

⑫ 代 理 人 弁理士 山 口 巖

明 細 書

1. 発明の名称 化合物半導体単結晶製造装置および製造方法

2. 特許請求の範囲

1) 液体封止引上げ法による化合物半導体単結晶製造装置において、結晶原料と封止剤とが入れられるルツボと、ルツボを囲みルツボを周りに加熱する加熱装置と、加熱装置を囲む熱シールドとが収納され、前記ルツボの加熱により溶融した結晶原料融液中からルツボと同軸の引上げ棒を用いて単結晶が引き上げられる引上げ室と、該引上げ室の上方に仕切り弁を介して結合され内部に加熱装置を備えたとともに前記引上げ棒が天井板を貫通する結晶室とを備えてなることを特徴とする化合物半導体単結晶製造装置。

2) 請求項第1項に記載の装置において、引上げ室と結晶室とを仕切る仕切り弁が、単結晶引上げ棒の軸方向に分離可能に結合される2個の仕切り弁からなるとともにそれぞれの仕切り弁がそれぞれ引上げ室と結晶室とに一体化されていることを特

徴とする化合物半導体単結晶製造装置。

3) 請求項第1項に記載の装置を用い、引上げ室および結晶室の内部空間を仕切る仕切り弁を開いて引上げ室および結晶室内に不活性ガスを高圧に充填した後、引上げ室および結晶室内の加熱装置に加熱電流を供給しつつ引上げ室内で半導体単結晶を引き上げるとともに、引上げ室で引上げが終了した単結晶を結晶室内まで引き上げて仕切り弁を閉じ、結晶室内の加熱装置を制御して単結晶まわりの温度分布を均一に保ちつつ単結晶を徐冷した後、結晶室内の不活性ガスを単結晶の成分ガスと置換し、高圧の単結晶成分ガス雰囲気中で前記結晶室内の加熱装置を用いて単結晶の熱処理を行うことを特徴とする化合物半導体単結晶の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

この発明は、Ga、InなどのⅢ族元素とP、AsなどのⅤ族元素となど、異なる元素を成分とする化合物半導体の単結晶を、液体封止引上げ法によって結晶原料融液中から引き上げる化合物半導体単

結晶製造装置の構成と、この構成による単結晶製造装置を用いて化合物半導体単結晶を製造する際の製造方法に関する。

(従来の技術)

化合物半導体単結晶製造装置の従来の構造例を第3図に示す。筒状の圧力容器として形成された¹引上げ室容器1内の²下端には、例えばGaなどのⅢ族元素とAsなどのⅤ族元素とからなる結晶原料と、封止剤として例えば B_2O_3 とが入れられるルツボ7と、このルツボ7を囲みルツボ7を周りから加熱して結晶原料と封止剤とを溶融させる加熱装置6と、この加熱装置6を囲む熱シールド³とが配され、また、引上げ室容器1の天井板を、⁴下端に種結晶が取り付けられ種結晶の下端に単結晶を柱状に成長させつつ単結晶を引き上げる引上げ棒13が、ルツボ軸12と同軸に貫通している。

このように構成された単結晶製造装置により単結晶を製造する際には、単結晶の原料と封止剤とを、回転、昇降するルツボ7に入れ、引上げ室容器1内に不活性ガスとして例えばアルゴンガスを

ため、結晶内に残留する熱歪みを除去して、これら比抵抗や電子移動度などの特性を改善するためには熱処理が行われる。この熱処理は、半導体が例えばGaAsからなる化合物半導体である場合には、その成分元素であるAsの加圧されたガス雰囲気で行われる。熱処理を加圧されたAsガス雰囲気で行う理由は、Asの蒸気圧が高いため、熱処理時にGaAs中のAsが分離、蒸発するのを防ぐためである。この熱処理のために、従来、加熱装置を内蔵し高圧のAsガスに耐える圧力容器を備えた、専用の複雑な熱処理装置を必要としていた。

さらに、結晶引上げ途中で結晶に双晶、多結晶等の欠陥が生じたり、種結晶を結晶原料融液に接触させる工程において、種結晶を長時間高温雰囲気中においた場合に種結晶中のAsが分離、蒸発して単結晶成長が不可能になり、結晶引上げを途中で中止することがしばしば起こっていた。

この発明の第1の課題は、単結晶引上げ途中および引上げ終了時の冷却過程で結晶内に生じる双晶、多結晶など、転位に基づく結晶欠陥を減少さ

せ、高圧に充填した後、加熱装置6により結晶原料と封止剤とを溶融させ、ルツボ軸12と同軸にルツボ7の上方に位置して回転、昇降する引上げ棒13の先端に取り付けた種結晶11を、引上げ棒13を下降させて結晶原料融液8に接触させ、引上げ棒13を徐々に回転、上昇させることにより、種結晶11の下端に単結晶が柱状に成長しつつ上方へ引き上げられる。

(発明が解決しようとする課題)

このように、封止剤により表面が封止された結晶原料融液中から単結晶を柱状に引き上げる液体封止引上げ法では、引上げ途中および引上げ終了時の冷却過程で双晶、多結晶の発生など、結晶に欠陥が発生していた。このような結晶欠陥は、結晶が引上げ途中および引上げ終了後の冷却過程で結晶内に結晶内の温度勾配により大きな熱応力が生じ、結晶内に転位が高密度に発生することによって起る。

このように転位が高密度に発生すると、結晶の比抵抗、結晶内電子の移動度等の特性が低下する

ため、単結晶まわりの温度分布を改善することができ、かつ複雑な熱処理装置を必要とすることなく簡便に熱処理を行うことのできる化合物半導体単結晶製造装置の構成を提供することである。

この発明の第2の課題は、種結晶中の成分元素の分離、蒸発等が原因で単結晶成長が不可能な場合、あるいは何らかの原因で単結晶中に双晶、多結晶等の欠陥が生じるような状況が起こった場合に、迅速に新たな単結晶の引上げ工程に入りうる化合物半導体単結晶製造装置の構成を提供することである。

この発明の第3の課題は、第1の課題に代って構成された装置を用いて化合物半導体単結晶を製造する際に結晶欠陥を少なくすることのできる製造方法を提供することである。

(課題を解決するための手段)

上記第1の課題を達成するために、この発明においては、化合物半導体単結晶引上げ装置を、結晶原料と封止剤とが入れられるルツボと、ルツボを囲みルツボを周りから加熱する加熱装置と、加

熱装置を囲む熱シールドとが収納され、前記ルツボの加熱により溶融した結晶原料融液中からルツボと同軸の引上げ棒を用いて単結晶が引き上げられる引上げ室と、該引上げ室の上方に仕切り弁を介して結合され内部に加熱装置を備えるとともに前記引上げ棒が天井板を貫通する結晶室とを備えた装置（以下第1の装置と記す）とするものとする。

次に、上記第2の課題を達成するために、この発明においては、化合物半導体単結晶引上げ装置を、前記第1の課題に沿って構成された装置において、引上げ室と結晶室とを仕切る仕切り弁が、単結晶引上げ棒の軸方向に分離可能に結合される2個の仕切り弁からなるとともにそれぞれの仕切り弁がそれぞれ引上げ室と結晶室とに一体化されている装置（以下第2の装置と記す）とするものとする。

また、前記第1の課題に沿って構成された装置を用いた化合物半導体単結晶の製造方法を、引上げ室および結晶室の内部空間を仕切る仕切り弁を

開いて引上げ室および結晶室内に不活性ガスを高圧に充填した後、引上げ室および結晶室内の加熱装置に加熱電流を供給しつつ引上げ室内で半導体単結晶を引き上げるとともに、引上げ室で引上げが終了した単結晶を結晶室内まで引き上げて仕切り弁を閉じ、結晶室内の加熱装置を制御して単結晶まわりの温度分布を均一に保ちつつ単結晶を徐冷した後、結晶室内の不活性ガスを単結晶の成分ガスと置換し、高圧の単結晶成分ガス雰囲気中で前記結晶室内の加熱装置を用いて単結晶の熱処理を行う製造方法とするものとする。

〔作用〕

前記第1の装置のように化合物半導体単結晶引上げ装置を構成すると、引上げ室、結晶室それぞれの内部空間を、従来の引上げ室の内部空間よりも顯著に小さくすることができる。そして、引上げ室内での単結晶引上げ中は、結晶室の加熱装置にも通電して引上げ室内ルツボ上方の温度を高圧に保つことができると合わせ、引上げ室内での封止剤両側の温度差を小さくして単結晶引上げ

途中の結晶内温度勾配を小さくすることができ、引上げ途中の冷却過程で結晶内に生じる熱応力を小さくして結晶欠陥の発生を抑制することができる。また、引上げ終了時に結晶室内まで引き上げられた柱状の単結晶まわりの空間が小さいから、結晶室内の加熱装置を制御することにより、結晶まわりの雰囲気ガスの対流を制限して室内の温度分布を改善することが容易に可能になり、単結晶引上げ終了時の冷却過程での結晶欠陥を少なくすることができる。

また、結晶室は、結晶引上げ終了時に結晶を結晶室内まで引き上げて仕切り弁を閉じ、温度分布が改善された結晶室内で単結晶を徐冷した後、結晶室内の不活性ガスを単結晶成分のガスと置換して、引上げ工程から連続して結晶を高圧下の化合物成分ガス雰囲気中で焼きなましする。いわゆるインゴットアニールのための簡便な熱処理装置となり、従来のように、インゴットアニールのための結晶の取り出し、アニール装置への装填など、アニールの準備工程が省略されるほか、従来のよ

うな、引上げ室から独立した専用の熱処理装置を準備することはもはや必要がなくなる。

上記第2の課題を達成するために第2の装置のように化合物半導体単結晶引上げ装置を構成すると、2個の仕切り弁をとともに閉じて引上げ室と結晶室との室内圧力をそれぞれ高圧に保持したまま内部空間を分離することができ、引上げ工程から連続して熱処理工程に入ることができるとともに、種結晶中の成分が蒸発して単結晶の成長が不可能となった場合や、単結晶中に結晶欠陥が発生するような状況が起こった場合に、成長途中の結晶を結晶室内まで引き上げて2個の仕切り弁を閉じ、引上げ室のルツボ内結晶原料装填量が単結晶1本分の場合には、引上げ室を置換するとともに引上げ途中の結晶や種結晶を結晶室ごとに取り換え、迅速に新たな単結晶引上げ工程に入ることができる。また、ルツボに多本分の結晶原料が装填されている場合には、結晶を1本引き上げるごとに引上げた結晶を結晶室ごとと移動し、種結晶を取り付けた別の結晶室に置き換え、同一条件で連続して引上

げを行うことができ、引上げを効率よく行うことができる。

そして、前記第1の装置による化合物半導体単結晶の製造方法を、引上げ室および結晶室の内部空間を仕切る仕切り弁を開いて引上げ室および結晶室内に不活性ガスを高圧に充填した後、引上げ室および結晶室内の加熱装置に加熱電流を供給しつつ引上げ室内で半導体単結晶を引き上げるとともに、引上げ室で引上げが終了した単結晶を結晶室内まで引き上げて仕切り弁を閉じ、結晶室内の加熱装置を制御して単結晶まわりの温度分布を均一に保ちつつ単結晶を徐冷した後、結晶室内の不活性ガスを単結晶の成分ガスと置換し、高圧の単結晶成分ガス雰囲気中で前記結晶室内の加熱装置を用いて単結晶の熱処理を行う製造方法とすることにより、引上げ室内での結晶引上げ中は、ルツボ上方の温度が高温に保たれて結晶内温度勾配が小さくなり、引上げ途中の冷却過程において結晶内に生じる熱応力が小さくなるため、結晶欠陥の発生が抑制される。また、結晶引上げ終了時に結

晶室内へ引き上げられた結晶は、結晶室の小さい空間内で加熱装置を制御して単結晶まわりの対流を効果的に制限しつつ単結晶まわりの温度分布が改善された状態で徐冷され、つづいて高圧の単結晶成分ガス雰囲気中で良好な温度分布を形成する結晶室内の加熱装置を用いて熱処理が行われるから、熱応力が効果的に除去されて結晶欠陥が大きく減少する。

(実施例)

第1図に本発明の第1の実施例による化合物半導体単結晶製造装置の構成を示す。装置は、結晶原料として例えばGaおよびAsと、封止剤として例えばB₂O₃とが装填される、ルツボ軸12まわりに回転しながら昇降するルツボ7と、ルツボ7を囲みルツボ7を周りに加熱する、例えばグラファイトからなる加熱装置6と、加熱装置6を囲む、例えば石英からなる熱シールド3とが主要部材として収容され、ルツボ7の加熱により溶融した結晶原料融液中から、ルツボ軸12と同軸の引上げ棒13の下端部に取り付けられた種結晶11の下端に単結

晶を柱状に成長させる。圧力容器として形成された引上げ室容器1と、内側に加熱装置4を備えるとともに天井板を引上げ棒13が貫通する結晶室容器2とが、仕切り弁5を介して気密に結合されている。

単結晶引上げ時には、仕切り弁5が開放されて引上げ室容器1および結晶室容器2内にアルゴンガスなどの不活性ガスが数十気圧の高圧に充填され、引上げ棒13を降下させて先端部の種結晶11を溶融した結晶原料融液に接触させた後、ルツボ7はルツボ軸12まわり時計方向に、引上げ棒13はその軸まわり反時計方向にそれぞれ低速で回転させつつ引上げ棒13を徐々に引き上げて種結晶11の下端に単結晶を柱状に成長させる。このとき、結晶室容器2内の加熱装置には加熱電流が供給され、ルツボ7の上方空間を高温に保持して、封止材9の両側の温度差が小さく保たれ、結晶内温度勾配が小さくなり、引上げ途中における冷却過程で結晶内に生ずる熱応力による結晶欠陥の発生が抑制される。

引上げが終了すると、単結晶の全長が結晶室容器2内へ引き上げられて仕切り弁5が閉じられ、結晶室容器2の小さい内部空間内で加熱装置を制御して対流を効果的に制限しながら単結晶まわりの温度分布が改善された状態で単結晶の徐冷が行われた後、結晶室内の不活性ガスが単結晶の成分ガスと置換され、高圧の単結晶成分ガス中で結晶室内の加熱装置を用いて熱処理が行われる。

第2図に本発明の第2の実施例による化合物半導体単結晶製造装置の構成を示す。この装置は、第1の実施例における仕切り弁を、単結晶引上げ棒の軸方向に分離可能に結合される2個の仕切り弁で構成したものである。その一方の仕切り弁51は引上げ室容器1と一体化され、他方の仕切り弁52は結晶室2と一体化される。そして両仕切り弁51,52は、リング状の結合フランジ15を介して互いに分離可能に結合される。

装置をこのように構成すると、2個の仕切り弁をともに閉じて引上げ室と結晶室との室内圧力をそれぞれ高圧に保持したまま内部空間を分離する

ことができ、引上げ工程から連続して熱処理工程に入ることができるとともに、種結晶中の成分が蒸発して単結晶の成長が不可能となった場合や、単結晶中に結晶欠陥が発生するような状況が起こった場合に、成長途中の結晶を結晶室内まで引き上げて2個の仕切り弁を閉じ、引上げ室のルツボ内結晶原料装填量が単結晶1本分の場合には、引上げ室を置換するとともに引上げ途中の結晶や種結晶を結晶室ごと取りかえ、迅速に新たな単結晶引上げ工程に入ることができる。また、ルツボに多本分の結晶原料が装填されている場合には、結晶を1本引き上げるごとに引上げた結晶を結晶室ごと移動し、種結晶を取り付けた別の結晶室に置き換え、同一条件で連続して引上げを行うことができ、引上げを効率よく行うことができる。

(発明の効果)

本発明においては、化合物半導体単結晶製造装置を上述のように構成したので、以下に記載する効果が奏せられる。

請求項1の装置では、従来の引上げ室を2分割

また、結晶のアニールは、引上げ工程から連続して行うことができ、従来のように、アニールのための結晶の取り出し、アニール装置への装填など、アニールの準備工程が省略され、半導体単結晶の製造効率が大幅に向上するとともに、従来のような、引上げ室から独立した専用の熱処理装置を準備する必要がない。

請求項2の装置では、請求項1の装置における仕切り弁を、単結晶引上げ棒の軸方向に分離可能に結合され、それぞれ引上げ室と結晶室とに一体化される2個の仕切り弁で構成したので、2個の仕切り弁をともに閉じて引上げ室と結晶室との室内圧力をそれぞれ高圧に保持したまま内部空間を分離することができ、引上げ工程から連続して熱処理工程に入ることができるとともに、種結晶中の成分が蒸発して単結晶の成長が不可能となった場合や、単結晶中に結晶欠陥が発生するような状況が起こった場合に、成長途中の結晶を結晶室内まで引き上げて2個の仕切り弁を閉じ、引上げ室のルツボ内結晶原料装填量が単結晶1本分の場合

し、装置を、単結晶が引き上げられる引上げ室と、引上げが終了した単結晶を熱処理する結晶室とを仕切り弁を介して結合した装置として構成したので、引上げ室、結晶室それぞれの内部空間が従来の引上げ室と比べて顕著に小さくなるとともに、引上げ室での単結晶引上げ時に結晶室内の加熱装置にも通電してルツボ上方の温度を高圧に保つことができるため、封止剤両側の温度差が小さくなり、引き上げられた結晶内の温度勾配が小さくなるため、引上げ途中の冷却過程で結晶内に生ずる熱応力に基づく結晶欠陥の発生を抑制することができる。そして、引き上げが終了した単結晶は結晶室内に引き上げられて仕切り弁が閉じられ、結晶室の小さい空間内で加熱装置を制御して室内の対流を効果的に制限しつつ温度分布が改善された状態で単結晶の徐冷が行われるとともに、つづく高圧の単結晶成分ガス雰囲気中で結晶室内の加熱装置を用いて結晶のアニールが行われるため、結晶内に残留する熱応力の除去が効果的に行われ、結晶欠陥の少ない単結晶を得ることができる。

には、引上げ室を置換するとともに引上げ途中の結晶や種結晶を結晶室ごと取りかえ、迅速に新たな単結晶引上げ工程に入ることができる。また、ルツボに多本分の結晶原料が装填されている場合には、結晶を1本引き上げるごとに引上げた結晶を結晶室ごと移動し、種結晶を取り付けた別の結晶室に置き換え、同一条件で連続して引上げを行うことができ、引上げを効率よく行うことができる。

そして、前記第1の装置を用いた化合物半導体単結晶の製造方法を、引上げ室および結晶室の内部空間を仕切る仕切り弁を開いて引上げ室および結晶室内に不活性ガスを高圧に充填した後、引上げ室および結晶室内の加熱装置に加熱電流を供給しつつ引上げ室内で半導体単結晶を引き上げるとともに、引上げ室で引上げが終了した単結晶を結晶室内まで引き上げて仕切り弁を閉じ、結晶室内の加熱装置を制御して単結晶まわりの温度分布を均一に保ちつつ単結晶を徐冷した後、結晶室内の不活性ガスを単結晶の成分ガスと置換し、高圧の

単結晶成分ガス雰囲気中で前記結晶室内の加熱装置を用いて単結晶の熱処理を行う製造方法としたので、結晶の引上げ途中における冷却過程で結晶内に生じる熱応力が小さくなって結晶欠陥の発生が抑制され、引上げ工程から連続して行われる結晶室内での結晶の熱処理は、結晶室の小さい内部空間内で加熱装置を制御して対流を効果的に制限しつつ単結晶まわりの温度分布が改善された状態で結晶を徐冷した後、高圧の化合物成分ガス雰囲気中で良好な温度分布を形成する結晶室内加熱装置を用いて行われるため、結晶室内に残留する熱応力が効果的に除去され、結晶欠陥の少ない単結晶を効率よく得ることができる。

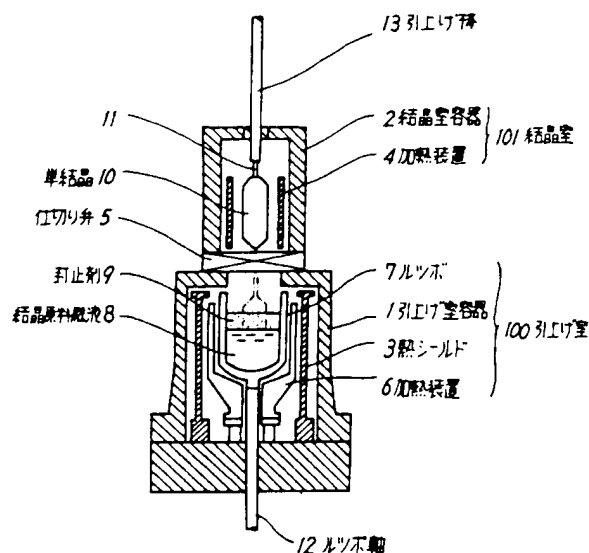
4. 図面の簡単な説明

第1図および第2図はそれぞれ本発明の第1および第2の実施例による化合物半導体単結晶製造装置の構成を示す縦断面図、第3図は従来の化合物半導体単結晶製造装置の構成例を示す縦断面図である。

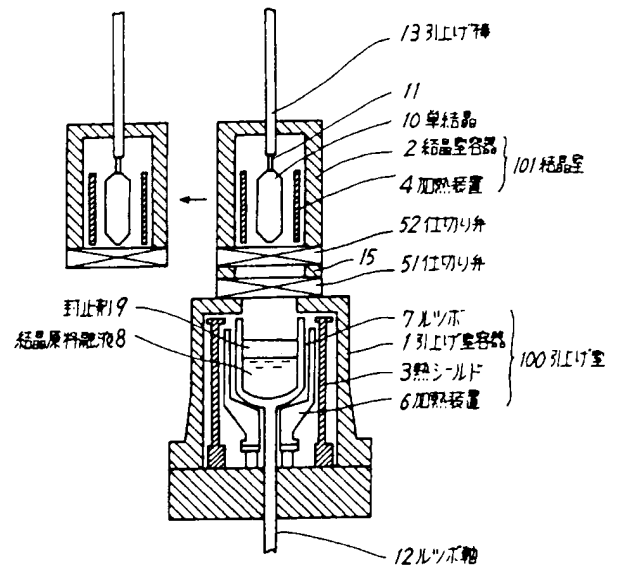
1：引上げ室容器、2：結晶室容器、3：熱シ

ールド、4：加熱装置、5、51、52：仕切り弁、7：ルツボ、8：結晶原料融液、9：封止剤、10：単結晶、12：ルツボ軸、13：引上げ棒、100：引上げ室、101：結晶室。

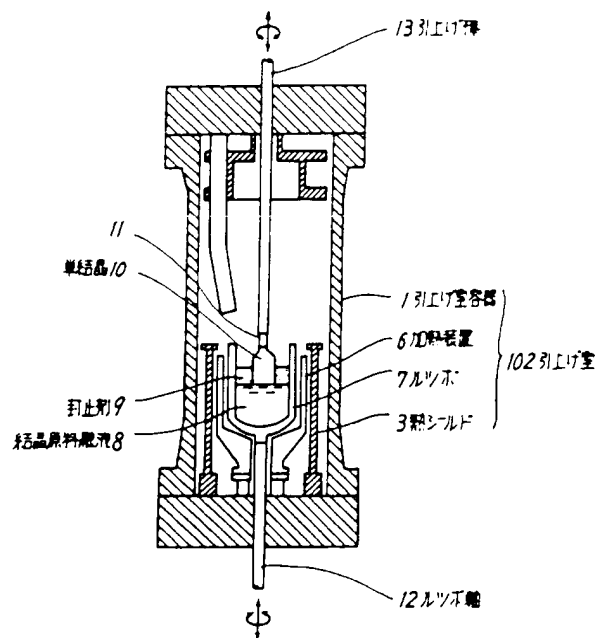
代理人弁護士 山口 豊



第1図



第2図



第3図